

**This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problems Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(12) **Offenlegungsschrift**
(11) **DE 3832185 A1**

(51) Int. Cl. 5:
G 01 N 21/45
G 01 N 25/56
G 02 B 6/00
G 01 J 9/02
C 23 C 14/00
C 04 B 35/00
C 03 C 13/04
// C03C 3/00

(21) Aktenzeichen: P 38 32 185.8
(22) Anmeldetag: 22. 9. 88
(43) Offenlegungstag: 29. 3. 90

(71) Anmelder:
Mitschke, Fedor, Dipl.-Phys. Dr., 3000 Hannover, DE
(74) Vertreter:
Leine, S., Dipl.-Ing.; König, N., Dipl.-Phys. Dr.rer.nat.,
Pat.-Anwälte, 3000 Hannover

(72) Erfinder:
gleich Anmelder

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

(54) Feuchtesensor und Meßanordnung zur Messung der Feuchte

Die Erfindung betrifft einen Feuchtesensor, der eine interferometrische Anordnung (6) umfaßt, die aus mindestens einer dünnen Schicht mit wenigstens einer lichtdurchlässigen Schicht (10) aus einem Material besteht, das einen feuchteabhängigen Brechungsindex aufweist, und mit der Brechungsindex und damit die Feuchte über eine Messung der Reflektivität und/oder der Transmissivität bestimmbar ist.

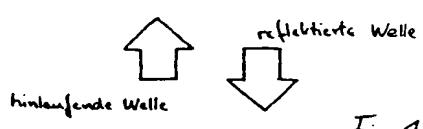
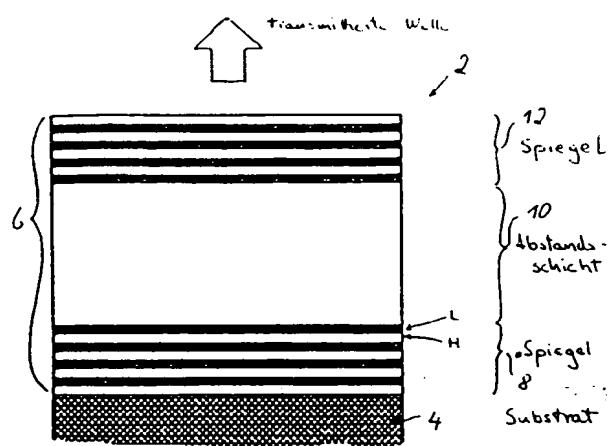


Fig. 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft einen Feuchtesensor gemäß Oberbegriff des Anspruchs 1 sowie eine Meßanordnung zur Messung der Feuchte.

Die Erfassung der Feuchte ist in vielen Anwendungsfällen von großem Interesse, beispielsweise in Klimaanlagen von Gebäuden oder in Trocknungsanlagen, beispielsweise in der Textil- oder Lebensmittelbranche.

Es ist bekannt, die Feuchte nach dem aufwendigen psychrometrischen Prinzip zu bestimmen, bei dem die Temperaturdifferenz eines feuchten und eines trockenen Thermometers bestimmt wird, die beide von der zu untersuchenden Luft umströmt werden. Es ist ferner bekannt, die porösen Eigenschaften von Stoffen, in die sich Wasser einlagert, zur Bestimmung der Feuchte zu nutzen. So nutzt man beim Haar-Hygrometer die feuchteabhängige Längenänderung eines Haars und bei elektronischen Hygrometern die feuchteabhängige Kapazitätsänderung eines Kondensators mit porösem Dielektrikum zum Ermitteln der Feuchte.

Bei all diesen Meßeinrichtungen sind die Meßsonden an sich relativ groß, gemessen an den Größenverhältnissen, wie sie heute in vielen technologischen Bereichen üblich sind.

Aus "Optical Fiber Sensors", 1988, Technical Digest Series, Vol. 2, Optical Society of America, Washington, D.C., (1988), S. 373 – 381, ist ein Vorschlag für einen faseroptischen Feuchtesensor bekannt geworden, bei dem in einer porösen optischen Faser ein Farbstoff eingeschlossen ist, der, wenn Wasser in seine Poren eindringt, mit dem Wasser reagiert und dabei seine Farbe ändert. Der Farbumschlag wird durch eine Absorptionsmessung erfaßt. Die Einstellzeit ist relativ groß, und der Sensorsort selbst ist relativ groß.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht darin, einen Feuchtesensor sehr geringer Größe, universeller Einsetzbarkeit, geringer Störanfälligkeit und hoher Widerstandsfähigkeit zu schaffen. Ferner soll eine Meßanordnung unter Verwendung dieses Feuchtesensors angegeben werden.

Die Aufgabe wird hinsichtlich des Feuchtesensors durch die Merkmale gemäß Kennzeichen des Anspruchs 1 gelöst. Eine Meßanordnung ist im Anspruch 10 angegeben.

Der erfundungsgemäße Feuchtesensor kann sehr klein gebaut werden mit einem Meßvolumen im Kubik-mikrometer-Bereich. Er ist weitgehend unempfindlich gegen elektromagnetische Einstreuungen, was beispielsweise die Erfassung der Feuchte in Mikrowellenöfen während des Garvorganges gestattet. Die Lichtzuleitung kann über eine Glasfaser erfolgen; dadurch kann der erfundungsgemäße Feuchtesensor auch an schwer zugänglichen Stellen, etwa an elektrischen Maschinen, die Feuchte überwachen. Im Gegensatz zum Psychrometer ist eine Gasumwälzung nicht erforderlich; daher kann der erfundungsgemäße Feuchtesensor auch in sehr kleinen Probe-Volumina eingesetzt werden, beispielsweise in Hohlräumen in Baustoffen, Lebensmitteln oder in der biologisch/medizinischen Forschung in Körperräumen.

Die Adsorption des Wassers erfolgt reversibel, und die Einstellzeit, mit der der erfundungsgemäße Feuchtesensor auf Änderungen der Feuchte reagiert, ist relativ kurz. Die vorgesehene Schichtenstruktur bewirkt eine Verstärkung aufgrund von Vielstrahl-Interferenz, so daß die Wechselwirkungslänge sehr klein gewählt werden kann.

Vorteilhafte und zweckmäßige Weiterbildungen der erfundungsgemäßen Aufgabenlösung sind in den Unteransprüchen gekennzeichnet.

Die Erfindung soll nachfolgend anhand der beigefügten Zeichnung näher erläutert werden. Es zeigt

Fig. 1 schematisch im Schnitt den Aufbau eines Feuchtesensors,

Fig. 2 eine schematische Darstellung einer Meßanordnung unter Verwendung des Feuchtesensors nach Fig. 1,

Fig. 3 eine graphische Darstellung der Abhängigkeit der Transmission I_7/I_0 von der Wellenlänge,

Fig. 4 eine graphische Darstellung der Abhängigkeit des Brechungsindex der Abstandsschicht des Feuchtesensors nach Fig. 1 vom Wasserdampfpartialdruck, und

Fig. 5 Feuchte-Meßergebnisse mit dem Feuchtesensor nach Fig. 1 (Ordinate) im Vergleich mit den Meßergebnissen eines kommerziellen elektronischen Feuchtesensors (Abszisse) in einer Klimakammer.

Die Fig. 1 zeigt den grundsätzlichen Aufbau eines optischen Feuchtesensors 2. Auf einem Substrat 4 ist eine Mehrschichtenanordnung 6 vorgesehen, die aus einer ersten auf dem Substrat ausgebildeten Schichtenfolge 8, einer darauf aufgebrachten Schicht 10 und einer darauf

aufgebrachten zweiten Schichtenfolge 12 besteht. Die erste Schichtenfolge 8 ist als eine Folge von sich aufeinanderfolgend abwechselnden dünnen Schichten H aus einem Material mit hohem Brechungsindex und dünnen Schichten L mit niedrigem Brechungsindex aufgebaut.

Die eine Abstandsschicht bildende Schicht 10 besteht aus einem Material mit hohem Brechungsindex. Die zweite Schichtenanordnung 12 ist aus einer Folge von sich aufeinanderfolgend abwechselnden, dünnen Schichten L mit niedrigem Brechungsindex und dünnen Schichten H mit hohem Brechungsindex aufgebaut. Die optische Dicke der Einzelschichten H und L in den Schichtenfolgen 8 und 12 beträgt ein Viertel der Designwellenlänge λ_d . Die optische Dicke der Schicht 10 beträgt ein Viertel, vorzugsweise ein Vielfaches eines Viertels der Designwellenlänge.

Der Feuchtesensor kann kurz wie folgt beschrieben werden:

$$(\text{Substrat}) - \text{erste Schichtenfolge } 8 = (HL)^k$$

$$- \text{Abstandsschicht } 10 = H^l$$

$$- \text{zweite Schichtenfolge } 12 = (LH)^m$$

worin k , l , m ganze Zahlen sind und eine k -, l - und m -fache Wiederholung der Schichtenfolge bzw. der Schichten bedeuten.

Damit stellt die Mehrschichtenanordnung 6 einen Fabry-Perot-Resonator in Dünnschichttechnik dar, wobei die erste und die zweite Schichtenanordnung 8 und 12 die Spiegel des Resonators bilden.

Vorzugsweise wird das Substrat durch eine Glasfaser gebildet, auf deren Schnittfläche die einzelnen Schichten H und L aufgedampft werden.

Die dünnen Schichten bestehen aus einem porösen, wasseraufnehmenden, jedoch wasserunempfindlichen Material, beispielsweise Oxiden, in denen Wasser reversibel eingelagert werden kann und deren Brechungsindex sich mit dem Wassergehalt ändert. Solche Oxide sind an sich bekannt und haben wegen ihrer großen Härte und guten chemischen Beständigkeit eine große Verbreitung gefunden.

So kann beispielsweise für die dünne Schicht H mit hohem Brechungsindex TiO_2 und die dünne Schicht L mit niedrigem Brechungsindex SiO_2 eingesetzt werden.

Außer Glasfaser eignet sich als Substrat bzw. Trägermaterial auch Glas, Keramik, Metall und Kunststoffe.

Im Idealfall geringer Absorptionsverluste und zweier Spiegel mit genau gleichen Reflexionseigenschaften erhält man für einen Fabry-Perot-Resonator für die transmittierte Intensität I_T die Beziehung

$$I_T = I_0 / (1 + F \sin^2(\delta/2))$$

mit $F = 4R/(1-R)^2$ und $\delta = 2\pi 2nd/\lambda_L + \Phi$

In dieser Gleichung bedeuten R das Reflexionsvermögen der Spiegel, I_0 die eingestrahlte Intensität und λ_L die Lichtwellenlänge der verwendeten Lichtquelle. Mit δ ist die Umlauf-Phasenverschiebung bezeichnet, die außer einer Konstanten Φ , die mögliche Phasensprünge an den Spiegeln berücksichtigt, auch das Produkt aus geometrischer Dicke d der Abstandsschicht 10 und deren Brechungsindex n enthält. Für die reflektierte Intensität I_R gilt

$$I_R = I_0 - I_T = F \sin^2(\delta/2) / (1 + F \sin^2(\delta/2))$$

Die obigen Ausdrücke lassen sich leicht auf Spiegel unterschiedlicher Reflektivität und den Fall nichtverschwindender Absorption verallgemeinern. Das ändert aber nichts am grundsätzlichen Verhalten, welches in der Fig. 3 dargestellt ist. Die Kurve I_T/I_0 als Funktion von δ wird oft als Airyfunktion bezeichnet. Die Transmissionsmaxima treten bei $2nd = i\lambda$ auf, wobei i eine ganze Zahl ist. Die Halbwertbreite ist $\Gamma = (c/4 \pi d) (1-R)/\sqrt{R}$.

Wählt man eine Lichtquelle, deren Wellenlänge λ_L sich von der Designwellenlänge λ_d um einen Betrag in der Größenordnung der halben Halbwertsbreite des Transmissionsmaximums unterscheidet, so erhält man an der Flanke des Transmissionsmaximums eine empfindliche Umsetzung in eine Änderung der transmittierten oder reflektierten Intensität, was sich mit einem normalen Fotodetektor nachweisen lässt.

Durch Wahl der Konstanten k, l, m läßt sich die Charakteristik steuern, denn kleine k und m erhöhen die Breite des Transmissionsmaximums und ein kleines l erhöht deren Abstand auf der Frequenzachse (den "freien Spektralbereich"). Daher ergibt sich für kleine Werte von k, l und m ein weiter Bereich von erfaßten Werten der Feuchte, allerdings mit geringer differentieller Empfindlichkeit und bei größeren Werten ein schmälerer Bereich mit großer differentieller Empfindlichkeit. Dies ist beispielsweise für die Überwachung auf Über- bzw. Unterschreitung eines Feuchtegrenzwertes interessant.

Die Fig. 2 zeigt eine Meßanordnung zur Ermittlung der Feuchte mit Hilfe des anhand der Fig. 1 beschriebenen Feuchtesensors. Licht einer Laserdiode 20 wird nach Durchlaufen einer optischen Anordnung 22 auf ein Ende einer Glasfaser 24 fokussiert, an deren anderem Ende der Feuchtigkeitssensor 2 angeordnet ist. Die optische Anordnung 22 weist eine erste Linse 25 zur Erzeugung eines Parallelstrahlbündels auf, das über einen Polarisationsstrahlteiler 26 und ein das einfallende Licht zirkular polarisierendes $\lambda/4$ -Plättchen 28 auf eine zweite Linse 30 fällt, die das Laserlicht auf die Glasfaser fokussiert. Das vorzugsweise nach Mehrfachreflexion im Feuchtesensor 2 reflektierte Licht wird über die Glasfaser 24 zurückgeführt, im $\lambda/4$ -Plättchen linear polarisiert (orthogonal zum vom Laser ausgestrahlten Licht) und vom Strahlteiler 26 zu einem Fotodetektor 32 umgelenkt, dessen Ausgangssignale einem Differenzverstär-

ker 34 zugeführt werden, der an eine Anzeige 36 angegeschlossen ist.

Die Ermittlung der Feuchte geschieht dabei folgendermaßen:

- 5 Durch das eingelagerte Wasser ändert sich der Brechungsindex der Abstandsschicht 10. Der Brechungsindex, der somit ein Maß für die Feuchte der Umgebung ist, kann über den Reflexionsgrad oder den Transmissionsgrad der Mehrschichtenanordnung 6 gemessen werden, indem die Intensität I_0 des in die Glasfaser eingekoppelten Lichtes mit der Intensität I_R des in der Glasfaser zurückreflektierten Lichtes, beispielsweise mit Hilfe des Fotodetektors 32, gemessen wird. Der Vergleicher 34, der hier als Differenzverstärker ausgebildet ist, dient zum Einstellen des Nullpunktes und eventuell zusätzlich zur Einstellung eines Skalenfaktors für die Anzeige 36.

20 Vorteilhaft kann man mit zwei Wellenlängen λ_{L+} und λ_{L-} arbeiten, von denen beispielsweise die eine λ_{L+} größer und die andere λ_{L-} kleiner als die Designwellenlänge λ_d ist, derart, daß bei Änderung des Brechungsindex sich gegensinnige Änderungen der Reflektivität und/oder Transmissivität ergeben. Dadurch kann der Quotient der beiden den Wellenlängen zugeordneten 25 Intensitäten ausgewertet werden. Dies hat den Vorteil, daß Störeinflüsse kompensiert werden.

Beispiel

30 Es wurden Feuchtesensoren unter Verwendung der schon erwähnten Materialien TiO_2 für die Schichten mit hohem Brechungsindex und SiO_2 mit niedrigem Brechungsindex hergestellt. Die Schichten wurden im Vakuum auf Glasplättchen und Schnittflächen verschiedener Glasfasern aufgedampft. Die Zahl der Schichten für die erste und zweite Schichtenfolge 8 und 12, d.h. der Wert für k und m , lag bei 2 bis 5 und für die Abstandsschicht 10 d.h. der Wert für l , bei 16. Es ergab sich ein 15%iger Porenanteil in der TiO_2 -Abstandsschicht 10. 35 Die Poren werden bei hoher Luftfeuchtigkeit und normaler Raumtemperatur etwa zu einem Viertel mit Wasser gefüllt. Die Adsorption läßt sich in sehr guter Näherung als Langmuir-Sorption beschreiben, vgl. Fig. 4, was bedeutet, daß das Wasser im wesentlichen eine monomolekulare Schicht auf der inneren Oberfläche des Materials bildet. Diese innere Oberfläche ist etwa 30mal so groß wie die äußere. Die Bindungsenergie liegt bei etwa 0,3 eV pro Molekül. Die Adsorption ist völlig reversibel, denn auch nach Langzeittests mit Temperaturzyklen 40 wurde keine Veränderung beobachtet. Erst bei Feuchtesensoren, die 20 Monate an Raumluft gelagert waren, fanden sich leichte Verschiebungen der Eigenschaften, die aber wiederum durch kurzes Erhitzen auf 350° für 15 Minuten rückgängig gemacht werden konnten. 45 Selbst unter Wasser getauchte Feuchtesensoren ließen sich so regenerieren.

50 Die Einstellzeit, mit der die Feuchtesensoren auf Änderungen der Luftfeuchtigkeit reagieren, ist durch die Diffusion durch das Schichtensystem bestimmt und liegt im Bereich einiger Sekunden bis etwa einer Minute.

55 Es sei noch darauf hingewiesen, daß bei größeren Glasfaserlängen es erforderlich sein kann, polarisationserhaltende Fasern einzusetzen, wenn die Strahlteilung, wie anhand der Fig. 2 beschrieben, durch eine Polarisationsoptik erfolgt.

Patentansprüche

1. Feuchtesensor, gekennzeichnet durch eine interferometrische Anordnung (6), die aus mindestens einer dünnen Schicht mit wenigstens einer lichtdurchlässigen Schicht (10) aus einem Material besteht, das einen feuchteabhängigen Brechungsindex aufweist, und mit der der Brechungsindex und damit die Feuchte über eine Messung der Reflektivität und/oder der Transmissivität bestimmbar ist. 5
2. Feuchtesensor nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die interferometrische Anordnung (6) eine zwischen zwei reflektierenden Einrichtungen (8, 12) angeordnete Abstandsschicht (10) aus einem Material umfaßt, das einen feuchte-abhängigen Brechungsindex aufweist. 10
3. Feuchtesensor nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die interferometrische Anordnung (6) einen ersten Schichtenstapel (8), der wenigstens eine Doppelschicht (HL) aus einer dünnen Schicht (H) aus einem Material mit hohem Brechungsindex und einer darauf angeordneten dünnen Schicht (L) aus einem Material mit niedrigem Brechungsindex aufweist, eine auf dem ersten Schichtenstapel (8) aufgebrachte Abstandsschicht 15 (10) aus einem Material mit hohem Brechungsindex sowie einen zweiten, auf der Abstandsschicht (10) aufgebrachten Schichtenstapel (12) umfaßt, der wenigstens eine Doppelschicht (LH) aus einer dünnen Schicht (L) aus einem Material mit niedrigem Brechungsindex und einer darauf angeordnete dünne Schicht (H) aus einem Material mit hohem Brechungsindex aufweist, wobei die einzelnen dünnen Schichten (H und L) eine optische Dicke von einer Viertel Wellenlänge des Lichtes mit der von der Wellenlänge λ_L der vorgesehenen Lichtquelle abhängigen Designwellenlänge λ_d aufweisen und die Abstandsschicht (10) eine optische Dicke von einem Viertel der Designwellenlänge oder einem Vielfachen davon aufweist. 20
4. Feuchtesensor nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die interferometrische Anordnung (6) auf einem Trägermaterial (4) angeordnet ist. 25
5. Feuchtesensor nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die einzelnen Schichten (H und L) durch Aufdampfen hergestellt sind. 45
6. Feuchtesensor nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die interferometrische Anordnung (6) auf einer Oberfläche eines Trägermaterials (4) aus Glas, Keramik, Metall oder Kunststoff angeordnet ist. 50
7. Feuchtesensor nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die interferometrische Anordnung (6) auf einer Schnittfläche einer optischen Faser (4), beispielsweise aus Glas oder Kunststoff, angeordnet ist. 55
8. Feuchtesensor nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Abstandsschicht (10) und/oder die Schichten (H und L) aus einem porösen, Wasser reversibel aufnehmendem Material bestehen. 60
9. Feuchtesensor nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die dünnen Schichten (H) mit hohem Brechungsindex aus TiO_2 und die dünnen Schichten (L) mit niedrigem Brechungsindex aus SiO_2 bestehen. 65
10. Meßanordnung zur Messung der Feuchte unter-

Verwendung des Feuchtesensors nach einem der vorhergehenden Ansprüche, gekennzeichnet durch

- eine Lichtquelle (20) zur Erzeugung eines monochromatischen kohärenten Lichtbündels,
- eine Einrichtung (22) zur Einkopplung des Lichtes in den Feuchtesensor (2) und
- einen Detektor (32) zur Messung der Intensität des vom Feuchtesensor (2) reflektierten oder transmittierten Lichtes.

11. Meßanordnung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Einrichtung (22) zum Einkoppeln des Lichtes eine Linsenanordnung (25, 30) zum Einkoppeln des Lichtes in ein Ende einer optischen Glasfaser (24) aufweist, an deren anderem Ende der Feuchtesensor (2) angeordnet ist, und daß ein $\lambda/4$ -Plättchen (28) und ein Polarisationsstrahler (26) vorgesehen sind, welcher das reflektierte Licht von dem von der Lichtquelle (20) kommenden Licht trennt und dem Detektor (32) zuführt.
12. Meßanordnung nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Lichtquelle Licht mit einer Wellenlänge λ_L erzeugt, das sich von der Designwellenlänge λ_d um einen Betrag in der Größenordnung der halben Halbwertsbreite des Transmissionsmaximums des Feuchtesensors (2) unterscheidet.
13. Meßanordnung nach einem der Ansprüche 10 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Lichtquelle (20) Licht mit zwei Wellenlängen erzeugt, von denen die eine im Bereich einer kurzweligen Flanke und die andere im Bereich einer langwelligen Flanke eines Transmissionsmaximums liegt.
14. Meßanordnung nach einem der Ansprüche 10 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß zur Unterdrückung von Störungen der Quotient der den unterschiedlichen Wellenlängen zugeordneten, sich gegensinnig ändernden Intensitäten oder der Quotient der aus Reflexion und Transmission sich ergebenden, sich gegensinnig ändernden Intensitäten zur Messung des Brechungsindex gebildet wird.

Hierzu 5 Seite(n) Zeichnungen

— Leerseite —

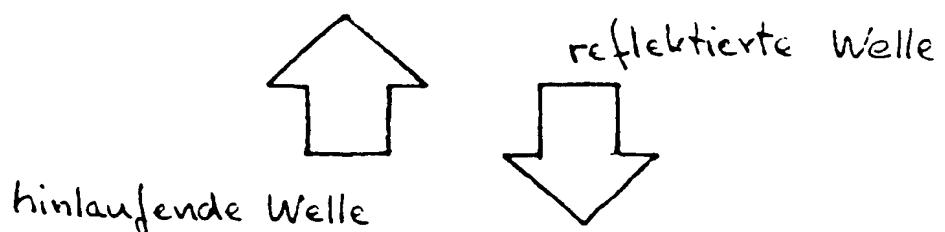
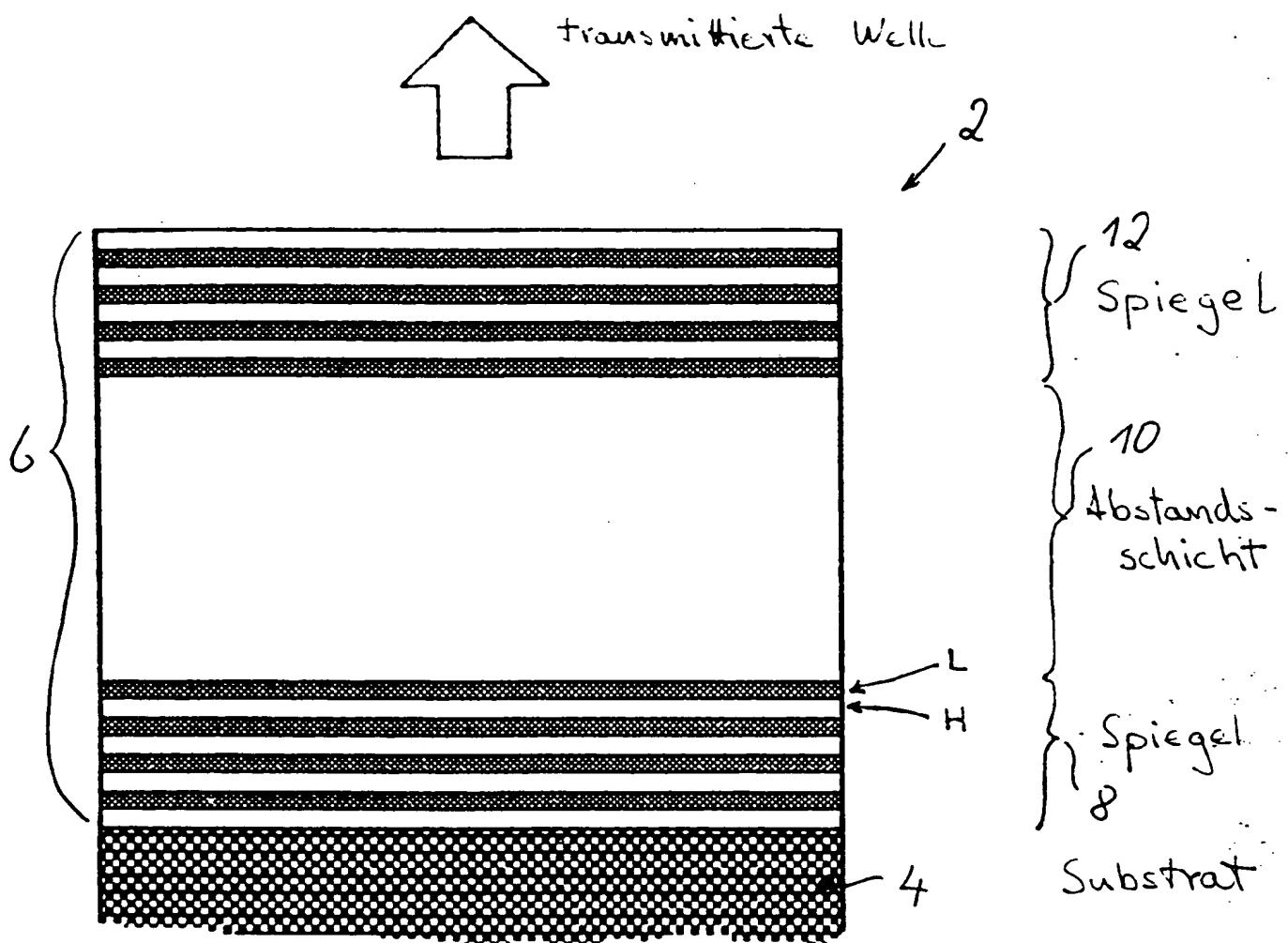


Fig. 1

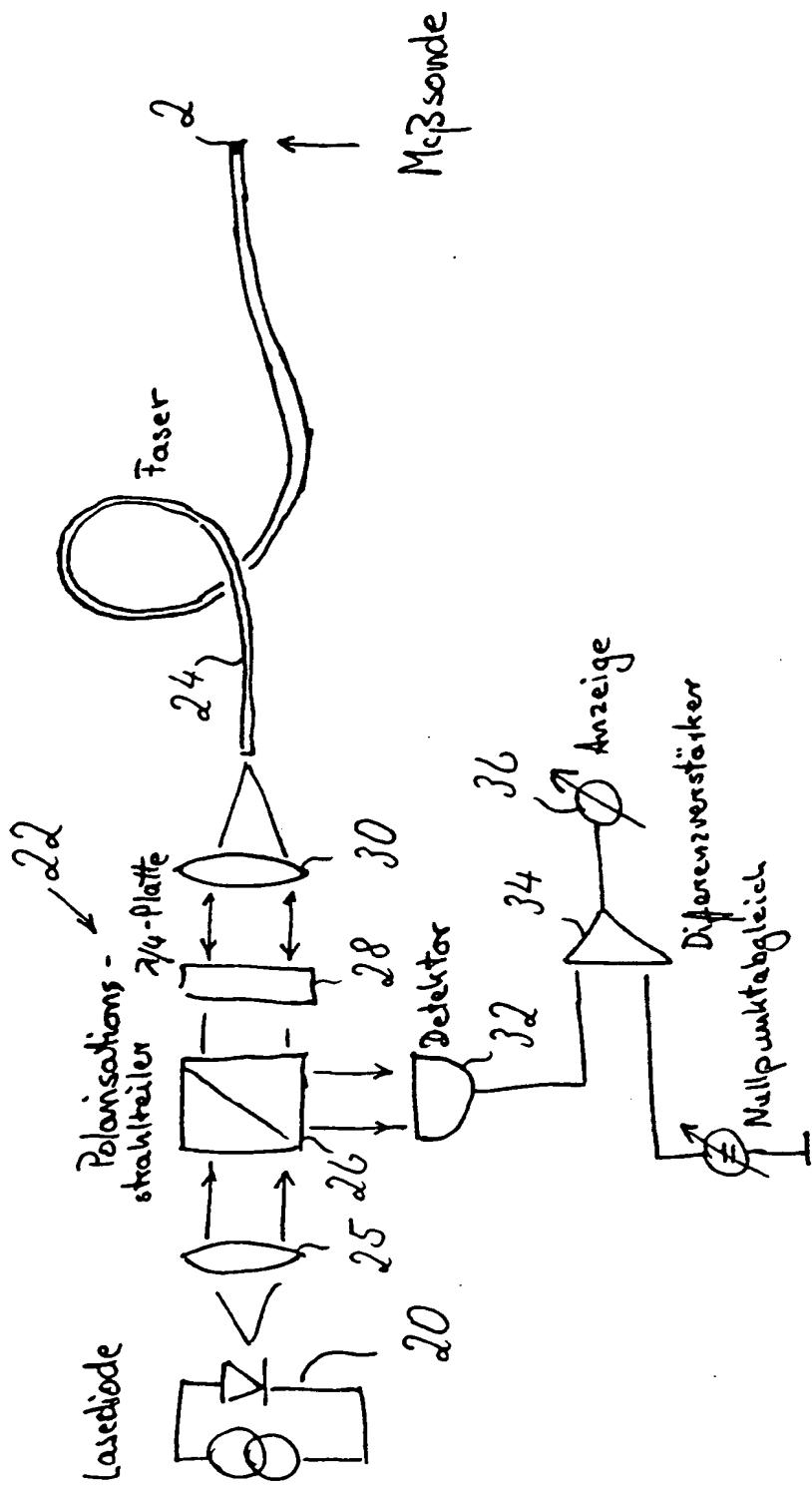


Fig. 2

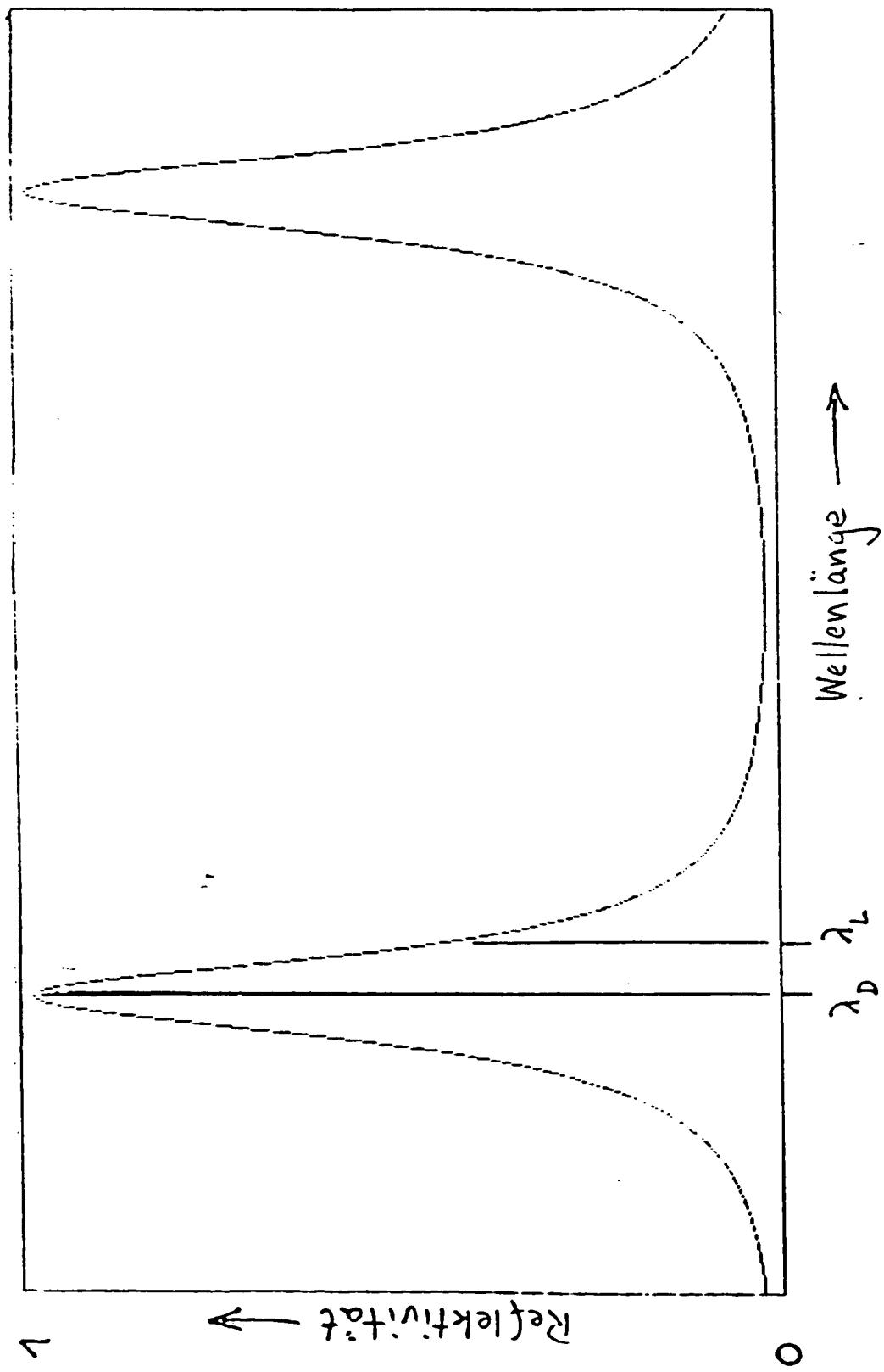


Fig. 3

**Änderung des Brechungsindex der Abstandsschicht
mit dem Wasserdampf-Partialdruck der Umgebungsluft**

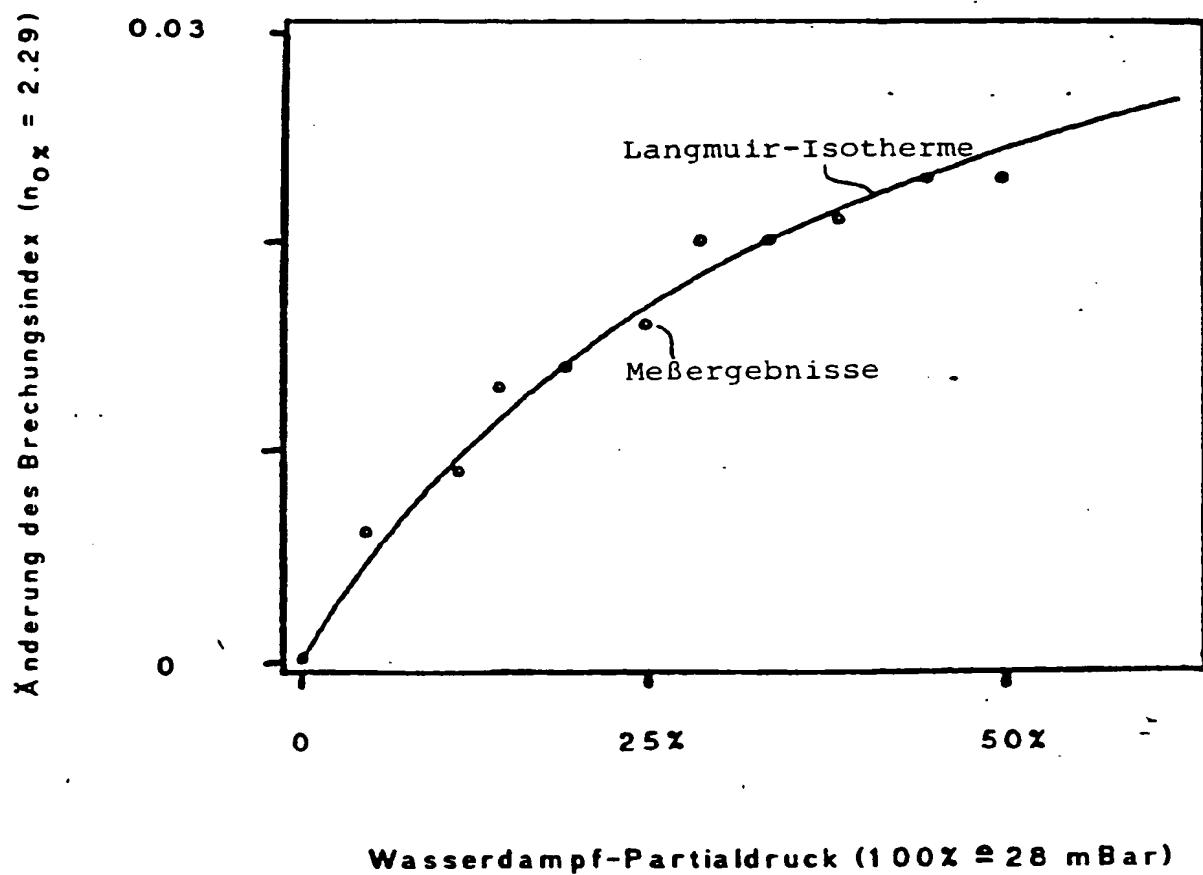


Fig. 4

Fig. 5

